

DE4040655

Patent number: DE4040655
Publication date: 1992-06-25
Inventor: KOEHLER PETER DR (DE)
Applicant: HENKEL KGAA (DE)
Classification:
- **international:** C07H15/04; C07H15/08; C07H15/10; C07H15/00;
(IPC1-7): C07H15/06
- **european:** C07H15/04D; C07H15/08C; C07H15/10D
Application number: DE19904040655 19901219
Priority number(s): DE19904040655 19901219

Also published as:

WO9211270 (A1)

Report a data error here**Abstract of DE4040655**

Bright-coloured alkoxylated alkyl and/or alkenyl glycoside partial esters are obtained if: (a) a mixture containing an alkyl and/or alkenyl glycoside and a solvent is treated with a reducing agent; (b) the solvent is separated out; (c) the remaining reaction mixture is partially transesterified in a manner known per se in the presence of alkaline and/or alkaline earth salts and emulsifiers with fatty acid low-alkyl esters; (d) the transesterification product is alkoxylated in a manner known per se with ethylene and/or propylene oxide; and (e) the alkoxylation product is then neutralised with an acid.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



(19) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

(12) **Offenlegungsschrift**
(10) **DE 40 40 655 A 1**

(51) Int. Cl. 5:
C 07 H 15/06



DE 40 40 655 A 1

(21) Aktenzeichen: P 40 40 655.5
(22) Anmeldetag: 19. 12. 90
(23) Offenlegungstag: 25. 6. 92

(71) Anmelder:
Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

(72) Erfinder:
Köhler, Peter, Dr., 4000 Düsseldorf, DE

(54) Verfahren zur Herstellung von alkoxylierten Alkyl- und/oder Alkenylglycosidpartialestern

- (55) Hellfarbige alkoxylierte Alkyl- und/oder Alkenylglykosidpartialester werden erhalten, indem man
a) eine Mischung, enthaltend ein Alkyl- und/oder Alkenylglykosid und ein Lösungsmittel mit einem Reduktionsmittel behandelt,
b) das Lösungsmittel abtrennt,
c) die verbleibende Reaktionsmischung in an sich bekannter Weise in Gegenwart von Alkali- und/oder Erdalkalisalze und Emulgatoren mit Fettsäureniedrigalkylestern partiell umestert,
d) das Umesterungsprodukt in an sich bekannter Weise mit Ethylen und/oder Propylenoxid alkoxyliert und
e) das Alkoxylierungsprodukt anschließend mit einer Säure neutralisiert.

DE 40 40 655 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von alkoxylierten Alkyl- und/oder Alkenylglykosidpartialestern mit verbesserter Farbqualität, bei dem man Alkyl- und/oder Alkenylglykoside in einem Lösungsmittel mit einem Reduktionsmittel behandelt, partiell umestert und anschließend alkoxyliert.

Ethoxylierte Partialester von langkettigen aliphatischen Carbonsäuren und Glykosiden weisen oberflächeneigenschaften auf und werden infolge ihrer ökologischen und toxikologischen Unbedenklichkeit als Emulgatoren in kosmetischen und pharmazeutischen Produkten sowie einer Vielzahl von Lebensmitteln eingesetzt.

Zur Herstellung derartiger Produkte geht man von Glykosiden, beispielsweise Methylglucosid oder Allylglucosid aus, setzt diese zunächst in Gegenwart basischer Katalysatoren mit Fettsäuren um und ethoxyliert anschließend den als Zwischenprodukt gebildeten Partialester. Von Nachteil ist hierbei jedoch, daß Katalysator und Fettsäure miteinander abreagieren können und die Zwischenausbeute in der Veresterungsstufe somit gering ist.

Üblicherweise geht man daher von Fettsäureestern, insbesondere Methylestern oder Triglyceriden aus, die zunächst mit den Glykosiden in Gegenwart von Alkalicarbonaten umgesetzt [US 29 31 797, US 35 97 417, Carbohyd. Res. 17, 431 (1971)] und anschließend alkoxyliert werden.

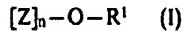
Ethoxylierte Glykosidpartialester, die über diesen Weg zugänglich sind, werden zwar auf der Stufe der Glykosidpartialester in guten Ausbeuten erhalten, infolge ihres Restgehaltes an freiem Zucker, der unter den für die Umesterung erforderlichen hohen Reaktionsbedingungen verkohlt, sind die Produkte jedoch in aller Regel stark verfärbt, so daß ihre Verwendungsmöglichkeit in den genannten Einsatzgebieten aus ästhetischen Gründen stark eingeschränkt ist. Zur Verbesserung der Produktqualität ist es somit erforderlich, bei der Herstellung der ethoxylierten Glykosidpartialester eine Bleichstufe zu berücksichtigen. Eine technische Ausführungsform hierzu besteht beispielsweise darin, das rohe, noch basische Umesterungsprodukt noch vor der Alkoxylierung mit Wasserstoffperoxid zu behandeln und anschließend zu neutralisieren. Alternativ hierzu kann die Bleiche auch der Alkoxylierung nachgeschaltet werden. Beide Verfahren weisen jedoch in der Praxis Nachteile auf: im ersten Fall werden zwar aufgehelle Produkte erhalten, es besteht jedoch die Gefahr einer partiellen Verseifung des gebildeten Glykosidpartialesters, im zweiten Fall ist zwar eine Esterspaltung nicht zu befürchten, dafür ist die Aufhellung der Produkte in den meisten Fällen unbefriedigend. Demzufolge besteht ein starkes Bedürfnis nach alternativen Verfahren zur Herstellung von hellfarbigen alkoxylierten Glykosidpartialestern.

Die Aufgabe der Erfindung bestand somit darin, ein neues Verfahren zur Herstellung von alkoxylierten Glykosidpartialestern mit verbesserter Farbqualität zu entwickeln, das frei von den geschilderten Nachteilen ist.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von alkoxylierten Alkyl- und/oder Alkenylglykosidpartialestern mit verbesserter Farbqualität durch Umesterung von Alkyl- und/oder Alkenylglykosiden mit Fettsäureestern und anschließende Alkoxylierung, das sich dadurch auszeichnet, daß man

a) eine Mischung enthaltend

a1) mindestens ein technisches Alkyl- und/oder Alkenylglykosid der Formel (I),



in der Z ein Symbol für ein Glykose-Einheit darstellt, die sich von einem Zucker mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen ableitet, n für Zahlen von 1 bis 10 und R¹ für einen Alkylrest mit 1 bis 22 oder Alkenylrest mit 2 bis 18 Kohlenstoffatomen steht, und

a2) mindestens ein Lösungsmittel

mit einem Reduktionsmittel behandelt,

b) das Lösungsmittel abdestilliert,

c) die zurückbleibende Reaktionsmischung in Gegenwart eines basischen Alkali- oder Erdalkalizides und eines Emulgators in an sich bekannter Weise mit einem Fettsäureniedrigalkylester partiell umestert,

d) das Umesterungsprodukt mit in an sich bekannter Weise mit Ethylen- und/oder Propylenoxid umsetzt und

e) das Alkoxylierungsprodukt anschließend mit Säuren neutralisiert.

Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß man zu hellfarbigen alkoxylierten Glykosidpartialestern gelangt, wenn man den Restgehalt an freiem Zucker, insbesondere Glucose, in der Reaktionsmischung vor der Umesterung durch Behandlung mit einem Reduktionsmittel weitgehend in eine Kohlenhydratverbindung, beispielsweise Sorbit überführt, die unter den Bedingungen der Umesterung eine ausreichende chemische Stabilität besitzt.

Alkyl- und Alkenylglykoside stellen bekannte Stoffe dar, die nach den einschlägigen Verfahren der präparativen organischen Chemie zugänglich sind. Verfahren zu ihrer Herstellung gehen beispielsweise von Glucose oder Stärke aus, die entweder direkt oder über die Zwischenstufe der Butylglykoside mit Alkoholen umgesetzt werden (US 35 47 828, US 38 39 318, DE-A-37 23 826).

Alkyl- oder Alkenylglykoside der Formel (I), die sich als Komponente a1) für die Herstellung der ethoxylierten Glykosidpartialester eignen, können sich von Aldosen oder Ketosen ableiten. Wegen der höheren Reaktivität und der technischen Verfügbarkeit kommen primär die Glykoside der reduzierend wirkenden Saccharide und insbesondere der Glucose in Betracht. Die als Ausgangsstoffe bevorzugt einzusetzenden Alkyl- und/oder Alkenylglykoside sind daher die Alkyl- und/oder Alkenylglucoside.

Der Index n in Formel (I) gibt den Oligomerisierungsgrad, d. h. die Verteilung von Mono- und Oligoglykosiden an und steht für eine Zahl zwischen 1 und 10. Während n in einer gegebenen Verbindung stets ganzzahlig sein muß und hier vor allem die Werte n = 1 bis 6 annehmen kann, ist der Wert n für ein bestimmtes Alkyl- oder Alkenylglykosid eine analytische ermittelte rechnerische Größe, die meistens eine gebrochene Zahl darstellt. Vorzugsweise werden Alkyl- und/oder Alkenylglykoside mit einem mittleren Oligomerisierungsgrad n von 1 bis 3 verwendet. Besonders bevorzugt sind solche Alkyl- und/oder Alkenylglykoside, deren Oligomerisierungsgrad kleiner als 1,5 ist und insbesondere zwischen 1,1 und 1,4 liegt.

Der Alkylrest R¹ in Formel (I) leitet sich von primären gesättigten oder einfach ungesättigten Alkoholen mit 1

bis 22, vorzugsweise einem oder 12 bis 18 Kohlenstoffatomen ab. Typische Beispiele sind Methanol, Ethanol, Allylalkohol, Propanol, Isopropylalkohol, n-Butanol, tert.-Butanol, Capronalkohol, Caprylalkohol, Caprilalkohol, Laurylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmitoleylalkohol, Stearylalkohol, Elaidylalkohol, Oleylalkohol, Petroselinylalkohol, Behenylalkohol oder Erucylalkohol sowie ihre technischen Gemische.

Unter den genannten Glykosiden ist die Verwendung von Alkyl- und/oder Alkenylglykosiden der Formel (I), in der Z für einen Glucoserest, n für Zahlen von 1 bis 3 und R¹ für eine Methylgruppe steht, besonders vorteilhaft. Die besonders bevorzugten Alkyl- und/oder Alkenylglykoside sind daher die Methylglucoside.

Die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside werden in mindestens einem Lösungsmittel ausgewählt aus der Gruppe, die von Wasser, aliphatischen Alkoholen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Ethylenglykol und Glycerin gebildet wird, gelöst oder dispergiert. Dabei können die Lösungsmittel alleine oder aber auch in Form von Gemischen, beispielsweise Mischungen von Wasser und Alkoholen im Gewichtsverhältnis 1 : 99 bis 99 : 1 zum Einsatz kommen. Bevorzugt ist die Verwendung von Wasser als Lösungsmittel, da es sich später aus der Reaktionsmischung besonders leicht abtrennen lässt.

Die Mischungen enthalten die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside und das Lösungsmittel können über einen Zeitraum t1 von 0,1 bis 5 h bei Temperaturen T1 von 50 bis 100°C mit einem Reduktionsmittel behandelt werden, wobei beispielsweise der in den Alkyl- und/oder Alkenylglucosiden enthaltene Anteil an Glucose, der 1 bis 10 Gew.-% – bezogen auf das Glucosid – ausmachen kann, in Sorbit überführt wird. Das Reduktionsmittel kann in Mengen von 0,1 bis 10, vorzugsweise 1 bis 5 Gew.-% – bezogen auf die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside – eingesetzt werden.

Als Reduktionsmittel kommen beispielsweise Natriumhypophosphit oder Natriumboranat in Betracht. Die Auswahl des Lösungsmittels wird durch die Auswahl des Reduktionsmittels beeinflusst. Während man Reduktionen mit Natriumhypophosphit vorzugsweise in wässriger Lösung durchführt, empfiehlt sich bei Verwendung von Boranaten Methanol als Lösungsmittel. Produkte besonders hoher Farbqualität werden erhalten, wenn man die Reduktion mit Natriumhypophosphit durchführt. Zur Behandlung reicht es aus, die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside im Lösungsmittel zu erwärmen, das Reduktionsmittel einzuröhren und über den angegebenen Zeitraum einwirken zu lassen.

Im Anschluß an die Reduktion wird das Lösungsmittel beziehungsweise das Lösungsmittelgemisch abgetrennt. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird die Reaktionsmischung unmittelbar nach der Behandlung mit dem Reduktionsmittel auf Temperaturen von 80 bis 120°C, gegebenenfalls unter verminderter Druck von 850 bis 100 mbar, erhitzt, wobei das Lösungsmittel abdestilliert.

Bei den Fettsäureniedrigalkylestern, die in die Umesterung eingesetzt werden, handelt es sich um Verbindungen der Formel (II)



in der R²CO für einen aliphatischen, linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und 0, 1, 2 oder 3 Doppelbindungen und R³ für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen steht. Typische Beispiele sind die Niedrigal-

kyester der Capronsäure, Caprysäure, Capinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Palmitoleinsäure, Stearinäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Petroselinäure, Linolsäure, Linolensäure, Arachinsäure, Gadolinäure, Behensäure oder Erucasäure. Bevorzugt ist der Einsatz von Fettsäureniedrigalkylestern der Formel (II), in der R²CO für einen gesättigten oder einfach ungesättigten Acylrest mit 6 bis 18, insbesondere 6 bis 12 Kohlenstoffatomen und R³ für einen Methylrest steht.

Wie in der Fettchemie üblich, können die Ester auch in Form technischer Schnitte eingesetzt werden, wie sie beispielsweise bei der Umesterung von natürlichen Fetten und Ölen anfallen. Bevorzugt ist der Einsatz von Methylestern auf Basis von Kokosöl, Palmöl, Palmkernöl, Rüböl, Sonnenblumenöl oder Rindertalg.

In Abhängigkeit davon ob die Herstellung von Glykosidestern mit einer oder mehreren Estergruppen angestrebt wird, können die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside mit den Fettsäureniedrigalkylestern im molaren Verhältnis von 2 : 1 bis 1 : 3 umgeestert werden. Für die Herstellung von Glykosidestergemischen, die vorwiegend Mono- und Diester enthalten, hat es sich als optimal erwiesen, Einsatzverhältnisse von 1 : 1 bis 1 : 2,5 zu wählen.

Als Katalysatoren für die Umesterung kommen basische Alkali- oder Erdalkalisalze in Betracht. Bevorzugt ist hierbei die Verwendung von Alkalicarbonaten, -hydroxiden oder -alkoholaten, insbesondere von Kaliumcarbonat. Die Alkali- oder Erdalkalisalze können in Mengen von 0,1 bis 10, vorzugsweise 2 bis 6 Gew.-% – bezogen auf die Summe der Mengen an Glykosiden und Estern in der Reaktionsmischung – eingesetzt werden.

Als Emulgatoren kommen Mono- und/oder Diester von Alkyl- und/oder Alkenylglykosiden mit Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und 0, 1, 2 oder 3 Doppelbindungen in Betracht. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird der Reaktionsmischung das Reaktionsendprodukt als Emulgator zugesetzt. Die Emulgatoren können in Mengen von 1 bis 10, vorzugsweise 2 bis 6 Gew.-% – bezogen auf die Summe der Mengen an Glykosiden und Estern in der Reaktionsmischung – eingesetzt werden.

Die Umesterung kann entweder bei Umgebungsdruck oder einem verminderten Druck von bis zu 400 mbar über einen Zeitraum t2 von 0,5 bis 10 h auf eine Temperatur T2 von 150 bis 220, vorzugsweise 170 bis 200°C erhitzt werden. Unter diesen Bedingungen ist die Reaktion praktisch quantitativ. Der aus dem Fettsäureniedrigalkylester freigesetzte Alkohol kann kontinuierlich abdestilliert und aus dem Reaktionsgleichgewicht entfernt werden. Zugleich werden Spuren von nichtumgesetztem Natriumhypophosphit oder Natriumboranat – falls vorhanden – zerstört.

Ester, Katalysator und Emulgator können der Mischung, die die Glykoside und das Lösungsmittel enthält, nicht erst im Anschluß, sondern auch bereits vor der Reduktion zugesetzt werden. In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens kann die Reduktion der Alkyl- und/oder Alkenylglykoside im Lösungsmittel somit auch in Gegenwart der Alkali- oder Erdalkalisalze, Emulgatoren und/oder Fettsäureniedrigalkylester durchgeführt werden. Hierzu empfiehlt es sich, zunächst eine Mischung aller Komponenten herzustellen, die Mischung zu erwärmen und mit dem Reduktionsmittel zu behandeln. Derartige Mischungen können eine Gesamtmenge an festen Stoffen von 20 bis 80, vorzugsweise 50 bis 70 Gew.-% aufweisen. Nach der Reduktion kann die Reaktionsmischung – wie oben

beschrieben — vom Lösungsmittel befreit und der Umesterung unterworfen werden.

Das resultierende Reaktionsendprodukt der Umesterung stellt ein statistisches Gemisch verschiedener Alkyl- und/oder Alkenylglykosidester dar. Das Verhältnis der mono- und mehrfach substituierten Produkte untereinander wird im wesentlichen durch die Wahl des molaren Einsatzverhältnisses zwischen den Alkyl- und/oder Alkenylglykosiden und den Fettsäurendigalkylestern bestimmt.

Innerhalb der genannten Einsatzverhältnisse werden praktisch ausschließlich Glykosidpartialester erhalten; die Bildung von Vollertern, die über keine freien Hydroxylgruppen mehr verfügen und somit für eine anschließende Alkoxylierung nicht mehr zur Verfügung stehen, findet nur in zu vernachlässigenden Mengen statt.

Die Alkoxylierung von Verbindungen mit aktiven Wasserstoffatomen stellt ein an sich bekanntes großtechnisches Verfahren dar. Im Sinne des erfindungsgemäßen Verfahrens, wird das basische Umesterungsprodukt in einen Autoklaven überführt und bei Temperaturen T3 von 100 bis 180, vorzugsweise 120 bis 160°C sowie bei Drücken p von 1 bis 10, vorzugsweise 1 bis 5 bar über einen Zeitraum t3 von 0,5 bis 20, vorzugsweise 5 bis 10 h mit 1 bis 100 mol Ethylen- und/oder Propylenoxid pro Mol Partialester umgesetzt. Bevorzugt sind Umsetzungen von 1 mol eines Umesterungsproduktes von Methylglucose mit Fettsäuremethylester mit 75 bis 100 mol Ethylenoxid.

Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß die im rohen Umesterungsprodukt noch enthaltenen basischen Alkali- oder Erdalkalisalze gleichzeitig auch die Alkoxylierung katalysieren und somit der Zusatz eines speziellen Alkoxylierungskatalysators überflüssig ist. Im Anschluß an die Alkoxylierung können die Reaktionsendprodukte mit Säuren, beispielsweise wäßriger Phosphor-, Essig- oder Milchsäure neutralisiert werden.

Die Alkyl- und/oder Alkenylglykosidpartialester können — falls dies gewünscht wird — in an sich bekannter Weise durch Zusatz von Wasserstoffperoxidlösung gebleicht werden. Dabei werden — bezogen auf die alkoxylierten Glykosidpartialester — 0,2 bis 2 Gew.-% Wasserstoffperoxid, berechnet als 100gew.-%ige Substanz eingesetzt. Während die H₂O₂-Behandlung bei den alkoxylierten Partialestern, die nach Verfahren des Stands der Technik hergestellt worden waren, keine nennenswerten Bleichwirkung führte, wurde bei den alkoxylierten Alkyl- und/oder Alkenylglykosidpartialestern, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhalten wurden, eine deutliche Farbaufhellung beobachtet.

Die resultierenden hellfarbigen alkoxylierten Alkyl- und/oder Alkenylglykosidpartialester eignen sich als oberflächenaktive Stoffe beispielsweise zum Einsatz als Emulgatoren in kosmetischen oder pharmazeutischen Produkten.

Die folgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern, ohne ihn darauf einzuschränken.

Beispiele

Herstellung der als Ausgangsstoffe

Methylglucosid-distearat, Ausgangsprodukt A)

20 kg Methylglucosid (n = 1) wurden unter Erwärmung

men in 8,3 kg Wasser gelöst, mit 0,47 kg Kaliumcarbonat, 0,47 kg Natriumhypophosphit, 3,1 kg Methylglucosid-di-stearat sowie 58,6 kg Stearinsäuremethylester versetzt und 1 h bei 80 bis 90°C gerührt. Danach wurde das Wasser unter verminderter Druck (100 mbar) abdestilliert, wobei die Temperatur im Verlauf der Destillation von 80 auf 100°C gesteigert wurde. Anschließend wurde das Vakuum aufgehoben und die Reaktionsmischung für 8 h auf eine Temperatur von 190 bis 200°C erhitzt. Das bei der Umesterung freiwerdende Methanol wurde kontinuierlich abdestilliert. Nach Beendigung der Reaktion wurde die Reaktionsmischung auf 90°C abgekühlt.

Methylglucosid-distearat, Ausgangsprodukt B)

Eine Mischung aus 20 kg Methylglucosid (n = 1), 0,47 kg Kaliumcarbonat und 58,6 kg Stearinsäuremethylester wurde unter verminderter Druck (100 mbar) auf 190 bis 200°C erhitzt. Nach 8 h Röhren wurde die Reaktionsmischung auf 90°C abgekühlt.

Beispiel 1

146 g (0,2 mol) des basischen Umesterungsproduktes von Methylglucosid mit Stearinsäuremethylester (Ausgangsprodukt A) wurden in einen Autoklaven überführt. Es wurde mit Stickstoff gespült und 30 min bei 100°C evakuiert. Anschließend wurden bei 120°C und 5 bar 1060 g (24 mol) Ethylenoxid innerhalb von 9 h portionsweise aufgedrückt. Nach Beendigung der Ethylenoxidzugabe ließ man 30 min nachreagieren. Das rohe Alkoxylierungsprodukt wurde bei 90°C mit 85gew.-%iger Phosphorsäure neutralisiert.

Kenndaten des Produktes:

Hydroxylzahl: 21

Säurezahl: 1,8

Verseifungszahl: 23

Klett-Farbzahl: 10

Vergleichsbeispiel 1

Analog Beispiel 1 wurden 146 g (0,2 mol) des basischen Umesterungsproduktes von Methylglucosid mit Stearinsäuremethylester (Ausgangsprodukt B) mit 1060 g (24 mol) Ethylenoxid ethoxyliert. Das rohe Alkoxylierungsprodukt wurde zweimal bei 90°C mit 0,5 Gew.-% — berechnet auf das Alkoxylierungsprodukt — Wasserstoffperoxid in Form einer 33gew.-%igen wäßrigen Lösung behandelt.

Kenndaten des Produktes:

Hydroxylzahl: 21

Säurezahl: 3,1

Verseifungszahl: 22

Klett-Farbzahl: 2

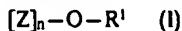
Die Bestimmung der Klettfarbzahl der Produkte erfolgte mit einem Klettphotometer (Modell 800-3, Fa. Klett-Summerson), 1 cm Rundküvette, Blaufilter 400 – 465 nm) in einer 10gew.-%igen Lösung in Xylool.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von alkoxylierten Alkyl- und/oder Alkenylglykosidpartialestern mit verbesselter Farbqualität durch Umesterung von

Alkyl- und/oder Alkenylglykosiden mit Fettsäure-estern und anschließende Alkoxylierung, dadurch gekennzeichnet, daß man

- a) eine Mischung enthaltend
 - a1) mindestens ein technisches Alkyl- und/oder Alkenylglykosid der Formel (I),



in der Z ein Symbol für eine Glykose-Einheit darstellt, die sich von einem Zucker mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen ableitet, n für Zahlen von 1 bis 10 und R¹ für einen Alkylrest mit 1 bis 22 oder Alkenylrest mit 2 bis 18 Kohlenstoffatomen steht, und

15

- a2) mindestens ein Lösungsmittel mit einem Reduktionsmittel behandelt,
- b) das Lösungsmittel abdestilliert,
- c) die zurückbleibende Reaktionsmischung in Gegenwart eines basischen Alkali- oder Erdalkalisalzes und eines Emulgators in an sich bekannter Weise mit einem Fettsäureniedrigalkylester partiell umestert,
- d) das Umesterungsprodukt in an sich bekannter Weise mit Ethylen- und/oder Propylenoxid alkoxyliert und
- e) das Alkoxylierungsprodukt anschließend mit Säuren neutralisiert.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Alkenylglykoside der Formel (I) einsetzt, in der Z für einen Glucoserest, n für Zahlen von 1 bis 3 und R¹ für eine Methylgruppe steht.

3. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man mindestens ein Lösungsmittel ausgewählt aus der Gruppe, die von Wasser, aliphatischen Alkoholen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Ethylenglycol und Glycerin gebildet wird, einsetzt.

4. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man das Reduktionsmittel in Mengen von 0,1 bis 10 Gew.-% – bezogen auf die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside – einsetzt.

5. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man als Reduktionsmittel Natriumhypophosphit einsetzt.

6. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man die Behandlung mit dem Reduktionsmittel über einen Zeitraum t1 von 0,1 bis 5 h bei einer Temperatur T1 von 50 bis 100°C durchführt.

7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man das Lösungsmittel beziehungsweise Lösungsmittelgemisch bei Temperaturen von 80 bis 120°C gegebenfalls unter verminderter Druck abdestilliert.

8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umesterung mit Fettsäureniedrigalkylestern der Formel (II) durchführt,

60



in der R²CO für einen aliphatischen, linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und 0, 1, 2 oder 3 Doppelbindungen und R³ für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen steht.

9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside mit den Fettsäureniedrigalkylestern im molaren Verhältnis von 2 : 1 bis 1 : 6 umestert.

10. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man als basische Alkali- oder Erdalkalisalze Alkalihydroxide oder -carbonate einsetzt.

11. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man die Alkali- oder Erdalkalisalze in Mengen von 0,1 bis 10 Gew.-% – bezogen auf die Summe der Mengen an Glykosiden und Estern in der Reaktionsmischung – einsetzt.

12. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß man als Emulgatoren Mono- und/oder Diester von Alkyl- und/oder Alkenylglykosiden mit Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und 0, 1, 2 oder 3 Doppelbindungen einsetzt.

13. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß man die Emulgatoren in Mengen von 1 bis 10 Gew.-% – bezogen auf die Summe der Mengen an Glykosiden und Estern in der Reaktionsmischung – einsetzt.

14. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umesterung über einen Zeitraum t2 von 0,5 bis 10 h bei einer Temperatur T2 von 150 bis 220°C durchführt.

15. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß man die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside in Gegenwart der basischen Alkali- oder Erdalkalisalze reduziert.

16. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß man die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside in Gegenwart der Emulgatoren reduziert.

17. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß man die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside in Gegenwart der Fettsäureniedrigalkylester reduziert.

18. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß man Mischungen, enthaltend Alkyl- und/oder Alkenylglykoside, Lösungsmittel sowie gegebenenfalls Alkali- oder Erdalkalisalze, Emulgatoren und/oder Fettsäureniedrigalkylester mit Reduktionsmitteln behandelt, deren Gesamtmenge an festen Stoffen 20 bis 80 Gew.-% beträgt.

19. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß man die Mischungen nach der Umesterung mit Ethylen- und/oder Propylenoxid alkoxyliert.

20. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß man die Alkoxylierung mit 1 bis 100 Mol Ethylen- und/oder Propylenoxid pro Mol Alkyl- und/oder Alkenylglykosidpartialester durchführt.

21. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß man die Alkoxylierung bei Temperaturen T3 von 100 bis 180°C durchführt.

22. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß man die Alkoxylierung bei Drücken p von 1 bis 10 bar durchführt.

23. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß man die alkoxylierten Alkyl- und/oder Alkenylglykosidpartialester mit Wasserstoffperoxid bleicht.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65